

Совет Социалистических
Социал-демократических
РеспубликКомитет по делам
изобретений и открытий
при Совете Министров
СССРО П И С А Н И Е 228016
ИЗОБРЕТЕНИЯ

К А В Т О Р С К О М У С В И Д Е Т Е Л С Т В У

Записанное от авт. свидетельства № —

Заявлено 07.V.1967 (№ 1153298/23-4)

с приложением заявки № —

Приоритет —

Опубликовано 08.X.1968. Бюллетень № 31

Дата опубликования описания 12.V.1969

Кл. 120, 21

МПК С 07с

УДК 547.391.3-312.07
(088.8)Авторы
изобретения

А. Л. Голубова и О. М. Слепцова

Заявитель

BEST AVAILABLE COPY

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АНГИДРИДА МЕТАКРИЛОВОЙ
КИСЛОТЫ

1

Данное изобретение относится к усовершенствованию способа получения метакрилового ангидрида, являющегося цепным мономером в производстве акрилатных полимеров.

Предлагаем способ получения ангидрида метакриловой кислоты взаимодействием метакриловой кислоты с ее хлорангидридом в присутствии пиридина в среде серного эфира при температуре 0—5°C. Выход продукта 72—78% от теории. Применение серного эфира, образующего взрывоопасные смеси с воздухом, в промышленном производстве не желательно. Кроме того, для достижения лизких температур необходимо специальное охлаждающее устройство.

По способу, согласно изобретению, процесс ведут в среде толуола при температуре 10—25°C, что позволяет применить обычную проточную воду для охлаждения, а также ликвидирует взрывоопасность производства. Процесс ведут следующим образом.

Метакриловую кислоту (1,04 моль), пиридин (1,2 моль), 175 мл толуол, 0,1 г полихлористой магнезии загружают в реактор емкостью 1 л и охлаждают до 12±2°C. Затем в течение 1 час при интенсивном перемешивании добавляют хлорангидрид. Температура реакционной массы в реакторе по времени дозировки хлорангидрида метакриловой кислоты 10—20°C (лучше 18°C). Время перемешивания реакционной

массы в реакторе около 2—3 час.

Образовавшуюся соль — солянокислый пиридин растворяют в реакторе раствором соляной кислоты (1:3), для чего последний добавляется в реактор. Затем сырец промывают охлажденным раствором соляной кислоты (1:3) и дистиллированной водой, отгоняют толуол в вакууме 2—7 м.м. Готовый продукт выделяют ректификацией на колонке мощностью 6—10 теоретических тарелок при флегмовом числе 4. Целевую фракцию отбирают при температуре 74°C и остаточном давлении 4 м.м. рт. ст.

Пример 1. В четырехтрубный реактор, снабженный мешалкой, термометром и капельной воронкой, загружают 90 г метакриловой кислоты, 95 г пиридина и 175 мл толуола. Смесь охлаждают током холодной воды до 12±2°C, затем при интенсивном перемешивании в течение 1 час прибавляют 104,5 г хлорангидрида метакриловой кислоты (температура в реакторе по мере прибавления хлорангидрида повышается с 12 до 25°C). После этого смесь перемешивают в течение 1 час при температуре 12±2°C и 1 час при комнатной температуре. Выпавшую кислопиридиновую соль растворяют непосредственно в реакторе 100 мл охлажденного раствора соляной кислоты (1:3). Верхний слой отделяют и снова промывают 100 мл раствора соляной кислоты (1:3),

